

ICP 分析における基礎の習得と管理改善の試み

六本木 美紀

宇都宮大学工学部 技術部

1. はじめに

本学機器分析センター所有のアナリティクイエナ社 PQ9000 の管理に協力することになり 8 年目となった。最初の数年は通年ユーザーが 2～3 名、スポットユーザー 2～3 名と少なく、装置の使用法講習およびトラブル時のメーカーとの調整のみで自身での測定経験がほとんどなかった。そのような折、大阪大学コアファシリティ機構、平野特任技術専門職員の来訪や、「基礎から学ぶ無機元素分析」～分析化学の基礎から ICP-OES による分析手法まで～を受講する機会に恵まれ、装置の性格を知ることと基本知識の重要性を認識し、改めて装置と向き合うこととした。本発表では管理状況の経過について報告する。

2. これまでに発生したトラブルについて

これまでに生じたトラブルの例を挙げる。

- 1) 点火時の小爆破により爆音とともにボンネットやトーチに焦げが生じ高額な損失
- 2) チラーのモーター回転不良 昇圧トランス導入で半解消
- 3) 測定時のトーチの溶融
- 4) 測定中のパソコンのフリーズ

1) については点火失敗時に何度も点火を試みた結果で、一旦立ち下げをするなど落ち着く必要があった。2) に関しては電気系の知識不足、3) に関しては測定準備の点検について指導不足による。本装置に対しては保守契約を結んでおらず 5 年目に初めてのトータルメンテナンスをメーカー技術者に依頼した。この時各所のメンテナンス方法を教えていただき、念入りに手入れをするようになったのはこれ以降である。



図1 左) 汚染の酷いトーチ先端 中) 錆の発生したコーン 右) 溶融したトーチ先端

3. 基本情報の取得や装置状態の把握に向けて

自身の課題の一つとして装置の測定可能範囲について問われた際、的確な回答ができないことがあげられる。そこで 25 種混合標準液の検量線を作成した。図 2 には 3 元素のみの結果を記したが Mn のように良好な直線が得られた元素は Al、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Ga、Li、Mg、Mn、Ni、Pb、Rb、Sr、V であった。一方 Ca のように 0.01mg/L のポイントのみが高くなった元素もしくはブランクの方が 0.01 mg/L よりも高い値となった元素が As、Ca、Fe、K、Na、Se、Zn であった。

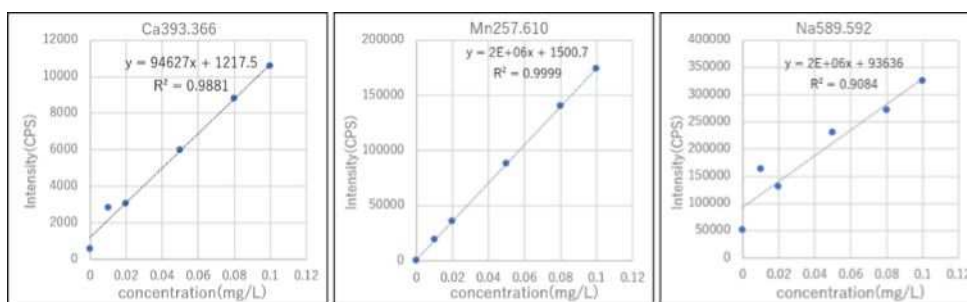


図2 市販の混合標準液(25種)にて調整した標準液の検量線の一例

同じ混合試料で元素により直線性に違いが生じる原因として、使用した純水や酸によるものか？リユース容器が悪かったか？装置が悪いのか？などと次々と疑問が湧くとともに、“使える検量線”とは？といった新たな疑問も生じた。また別件では Cr の測定において一時期ブランク濃度が高くなり、見た目が汚れていないチャンバーや流路チューブでも王水洗浄することでブランク強度がぐっと下がったことがあった。以降、定期的に純水や 1 M 硝酸水、混合標準液の 25 元素を測定し記録をしている。また、使用者が慣れてきたころ、もしくは久しぶりに使う場合に見落としがちな件や PC フリーズ時の対応方法など注意喚起の文面をパウチして置くようにしている。

4. セミナーでの学び

「基礎から学ぶ無機元素分析」をオンラインで受講した。本セミナーは 6 回にわたり開催され分析者としての基礎知識である天秤、体積計、純水、試薬、数値の取り扱いから ICP-OES の使用法まで実習を含めた幅広い内容であった。水道水中のホウ素、鉄、銅の測定が課題として与えられたが、内標準元素の添加など初めてであった。身近な「水道水の測定」ではあるが、前処理に手間取ったり出した結果に対してどう評価すべきか頭を悩ませた。基礎の部は担当する学生実験で教えている内容であるにもかかわらず改めて自身の未熟な部分を再確認することができた。

5. 今後の課題

ICP の管理運用を始め必要なメンテナンスの要領がわかってきたところである。3 で記した検量線情報はあくまで参考程度であり実試料においては様々な成分が含まれているため測定経験を増やすことが必要である。そして実際に試さないことには新たな疑問もわからないことを実感している。

装置の中身や原理を話せるようになることも必須であることはもちろん、知識があればトラブル時に右往左往することも減るであろう。あくまでも“使用者のために”、必要な情報が提供でき、常に気持ちよく使用していただけるよう技術研鑽をすることで利用者増につなげたい。

本発表では日頃感じる些細な疑問や測定開始のタイミング、測定方向、波長の違いで結果にどの程度差が生じるかなどの基礎データを提示する予定である。

謝辞

大阪大学コアファシリティ機構、平野岳史氏におかれましては適格な助言をいただいております。この場をお借りし心より感謝申し上げます。